

# **Zárójelentés**

## **„Felületkezelés és amorfizáció nagy plasztikus deformációval” OTKA F 67892 pályázat**

Az F 67893 OTKA kutatási projekt keretében az ELTE Anyagfizikai Tanszékén 2007-ben kezdtem meg vizsgálataimat a nagy plasztikus deformációval történő felületkezelés (SMAT) terén, melynek során vibrációs malomban egy céltárgyat golyókkal bombázunk. Egy korábbi amerikai együttműködést folytatva (L. Takacs, Univ. Maryland) megmutattam, hogy réz céltárgy mellett őrlött azonos Zr és Ti atomot tartalmazó porkeverék esetén a kialakuló bevonatban az atomi keveredés oly mértékű, hogy a hosszutávú atomi rend leromlik. Ennek hatására a bevonatban (részleges) felületi amorfizáció jön létre, köszönhetően a Cu-Zr-Ti rendszer jelentős amorfképző hajlamának, amit szinkrotron vizsgálatokkal erősítettünk meg a grenoble-i ESRF-ben. Ennek a rétegnek a felületi, ill. keresztmetszeti tulajdonságait mindemellett röntgendiffrakcióval, pásztázó mikroszkópiával és elemanalízis segítségével vizsgáltuk. A konstans vastagságú bevonat (50  $\mu\text{m}$ ) fizikai és kémiai értelemben is homogén. Az porok azonos atomi koncentrációjának ellenére a bevonat Zr koncentrációja mintegy 2.5-szeresen haladja meg a Ti koncentrációt, ami a két fém eltérő mechanikai tulajdonságainak tulajdonítható. A felületre merőleges egyenes mentén mért konstans Cu-koncentráció arra utal, hogy az őrlés során réz fragmentumok válnak le a hordozóból, amik aztán a Zr és Ti szemcsékkel együtt később visszatapadnak a felületre.

Ezzel párhuzamosan, a KFKI-SZFKI-val együttműködve, az amorf felületi réteget elektrokémiai leválasztással is létrehozhatjuk, majd a vibrációs malomban a SMAT technikával ennek a bevonatnak a mechanikai tulajdonságait javíthatjuk. Rámutattam, hogy a felületi réteg mechanika tulajdonságait, mikroszerkezetét erősen befolyásolják a vibrációs malom paraméterei. Az őrlési térbe helyezett golyók különböző méretei esetén a felületi amorf rétegben nanokristályos kiválások jöhetnek létre, javítva annak keménységét. Itt jegyezzük meg, hogy a golyók túl nagy mérete, ill. száma a felület roncsolódásához vezet, ezért az őrlési paraméterek optimalizálása elengedhetetlen.

Egy másik nemegyensúlyi deformációs technika, az ún. nagynyomású csavarás (HPT) segítségével deformációtól függő mikroszerkezet jön létre. A HPT minták több nemzetközi együttműködés keretében Ausztriában, ill. Oroszországban készültek. Doktorandusz hallgatóm segítségével a  $\text{Cu}_{60}\text{Zr}_{30}\text{Ti}_{10}$  rendszeren megmutattuk, hogy az inhomogén deformáció során bekövetkező hőmérséklet növekedés felelős (legalább részben) a gradiens mikroszerkezetért. Az egydimenziós hővezetési egyenlet numerikus megoldása alapján azt mondhatjuk, hogy az amorf minta kezdeti a deformációja inhomogén, melynek során mikronos kristályos kiválások jönnek létre, azonban a nagy deformációjú tartományokban a lokális hőmérséklet elérheti az üvegátalakulás hőmérsékletét, és a deformáció homogénné válik. A modell továbbfejlesztéseként immár kvázi három dimenzióban tudjuk számolni a hőmérséklet időbeli és térbeli fejlődését a HPT deformációnak alávetett tetszőleges összetételű mintákban, magyarázva a mikroszerkezetben a bekövetkezett változásokat a berendezésre jellemző különböző deformációs sebesség és a maximális deformáció mellett.

Mint ismeretes, a binér Cu-Zr rendszer a nagy üvegeképződési hajlamnak köszönhetően olvadékból való hűtéssel tömbi formában amorfizálható. Röntgendiffrakció, pásztázó mikroszkópia és kalorimetria vizsgálatok segítségével mutattuk meg, hogy a HPT módszer az extrém deformációnak köszönhetően már szilárdfázisban eredményezhet tisztán amorf tartományokat.

Alumínium alapú fémüvegek tömbi előállítására egy új, alternatív kompaktálási eljárásként, sikerrel alkalmaztuk a nagynyomású csavarást. Kiinduló amorf Al-Ce-Ni-Co, Al-Gd-Ni-Co, Al-Y-Ni-Co szalagdarabkákból kis porozitású, tömör korongokat készítettünk, amelyek keménysége meghaladta a kezdeti amorf ötvözetekét. Az intenzív képlékeny alakváltozás hatására a mintákban szerkezeti átalakulás ment végbe, ennek következtében több, jelentősen különböző méretű kristályt figyeltünk meg. Az intenzív képlékeny alakváltozása során a kristályok nukleációja és növekedése jelentősen eltérhet a termikus aktivált folyamatokban leírtaktól. Az eltéréseket több különböző hatással magyaráztuk. A nyomás hatását a klasszikus nukleációs elmélet kiegészítésével vettük figyelembe és beláttuk, hogy az Al-Ce-Ni-Co fémüvegek esetében egy kritikus nyomás fölött az intermetallikus  $\text{Al}_{11}\text{Ce}_3$  fázis helyett az  $\alpha$ -Al nukleációja válik kedvezőbbé. A nagyméretű kristályok kialakulását a képlékeny nyírási deformációval és az annak következtében megnövekedett atomi mobilitással magyaráztuk. Kisebb nanokristályok esetében,

a nyírási deformáció hatása a relaxációs folyamatok alacsonyabb hőmérsékletek felé tolódásában jelentkezik, amit kísérleti eredményekkel is alátámasztottunk. Az eredményeink alapján általánosan kijelenthetjük, hogy a deformáció hatása nem váltható ki egyetlen jól definiált hőkezeléssel, hanem egyszerre több, különböző hőkezelés nyomait hordozza.

A nagy termikus stabilitású  $\text{Zr}_{44}\text{Ti}_{11}\text{Cu}_{10}\text{Ni}_{10}\text{Be}_{25}$  Vitreloy amorf ötvözetből készített korong alakú minta nagynyomású csavarásakor a mikroszerkezetben bekövetkező finom változásokat nagy stabilitású szinkrotron sugárzással vizsgáltuk. A diffrakciós spektrumok szisztematikus analízisének segítségével megállapítottuk, hogy a kis deformációjú tartományokban az átlagos atomtávolság csökken, hasonlóan egy tömbi amorf minta relaxációjához, ezzel szemben az extrém nagy plasztikus deformáció az átlagos kötэшossz megnövekedését eredményezi. A  $\text{Zr}_{57}\text{Ti}_5\text{Cu}_{20}\text{Al}_{10}\text{Ni}_8$  ötvözet deformációjakor a felületre merőleges irányban egy dilatáció, a keresztmetszetre merőlegesen pedig egy kontrakció lép fel. A HPT eljárás során kialakuló nyírási sávok térfogati hányada eléri a 2-5%-ot. A szabadtérfogat modellre alapozva leírtuk a nagynyomású csavarásnak kitett féművegek viselkedését és konkrét számításokat végeztünk a Zr-alapú féműveg esetére. Az eredmények alapján nagy deformációk esetén dinamikus egyensúly alakul ki az alkalmazott deformációs sebességtől függetlenül.

Az OTKA pályázat időtartama alatt témavezetésem mellett két doktori disszertáció megvédésre került:

Fátay D.: Hydrogen storage in Mg-based alloys (2010. jún.)

Henits P.: Aluminium alapú féművegek szerkezeti változásai és kristályosodása intenzív képlékeny alakváltozás során (2010. dec.) társtémavezető: Kovács Zs.

További egy Ph.D. dolgozat kerül hamarosan benyújtásra az OTKA pályázat témájához kapcsolódóan (Hóbor S.).

A projekt időtartama alatt több nemzetközi (ISMANAM 2008: Buenos Aires, RQ13: Drezda, ISMANAM 2009: Peking, ISMANAM 2010: Zürich, MH 2010: Moszkva) és hazai (OAK 2007 és OAK 2009, MTA nanoanyagok albizottsági ülése, ELFT őszi iskola) konferencián is bemutattam a kutatási eredményeimet.